

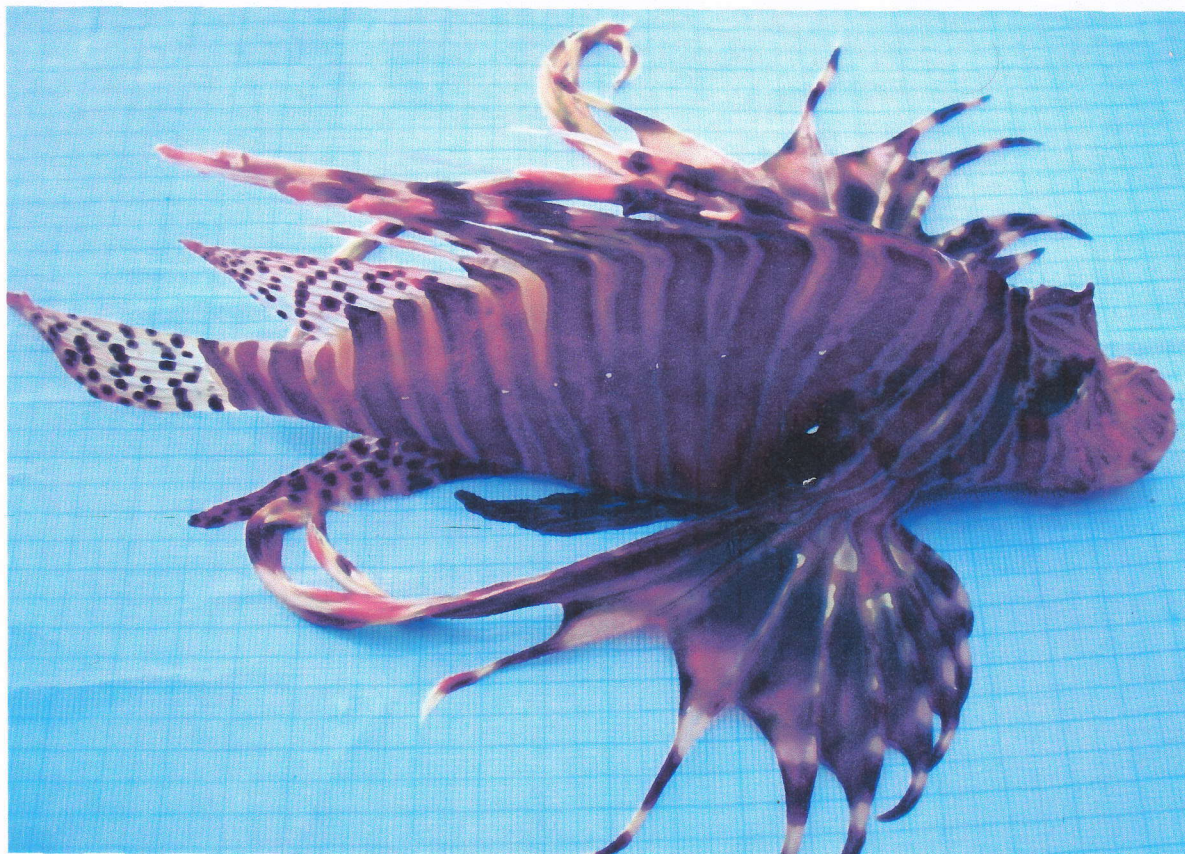


ISSN 0216-2393

GRADIEN

Vol. 8 No. 2 Juli 2012

JURNAL MIPA



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BENGKULU

Gradien	Vol. 8	No. 2	Hal. 780-842	Bengkulu, Juli 2012	ISSN 0216-2393
---------	--------	-------	--------------	------------------------	-------------------



ISSN 0216-2393

GRADIEN

Vol. 8 No. 2 Juli 2012

JURNAL MIPA

DAFTAR ISI

- 1 Perancangan Miniatur Sistem Keamanan Rumah Berbasis Mikrokontroler Dengan Memanfaatkan SMS (*Short Message Service*) (Ferry Andika P) 780-783
- 2 Aplikasi Lattice Gas Automata untuk Mengestimasi Porositas dan Permeabilitas Retakan di Halaman Mesjid Sunda Kelapa Pondok Kelapa Bengkulu Tengah (Halauddin) 784-791
- 3 Pola Arus Pasang Surut Di Pelabuhan Pulau Baai Bengkulu Menggunakan *Software Surface-Water Modeling System (SMS) 8.1* (Supiyati) 792-795
- 4 Sistem Pengenalan Aroma Teh Dalam Instrumen Penciuman Elektronik Menggunakan Jaringan Syaraf Tiruan (Suwardi) 796-801
- 5 Analisis Regresi Ordinal Untuk Mengetahui Faktor-Faktor Yang Mempengaruhi Kualitas Pelayanan Kesehatan Pada Komunitas Latino (Idhia Sriliana) 802-808
- 6 Model Tingkat Kelancaran Pembayaran Kredit Bank Menggunakan Model Regresi Logistik Ordinal (Studi Kasus: Bank Rakyat Indonesia Tbk Unit Pasar Bintuhan) (Yuli Andriani) 746-751
- 7 Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel Zno Terdoping Sulfur (Zno:S) Melalui Metode Hidrotermal Suhu Rendah (Evi Maryanti) 815-818
- 8 Pemanfaatan Ekstrak Kulit Buah Naga Merah (*Hylocereus polyrhizus* sp.) Sebagai Pewarna dan Pengawet Alami Mie Basah (Dwita Oktiarni) 819-824
- 9 Aplikasi Ekstrak Umbi Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea batatas* var *ayamurasaki*) Sebagai Pengawet dan Pewarna Alami Tahu (Devi Ratnawati) 825-831
- 10 Komunitas Ikan Karang Di Perairan Pulau Tikus Bengkulu (Abdul Rahman Singkam) 832-837
- 11 Mutasi Diam G795A Gen *KatG* Isolat Klinis *Mycobacterium Tuberculosis* Resisten Isoniazid (Evira Rosa Pane) 838-842



Sintesis Dan Karakterisasi Nanopartikel ZnO Terdoping Sulfur (ZnO:S) Melalui Metode Hidrotermal Suhu Rendah

Evi Maryanti, Nur Isnaini, Rita Aida Hanum

Corresponding author e-mail: evimaryanti82@yahoo.com

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Bengkulu, Indonesia

Diterima 4 Juni 2012; Disetujui 20 Juni 2012

Abstrak - Telah berhasil disintesis nanopartikel ZnO terdoping S (ZnO:S) melalui metode hidrotermal pada suhu rendah (di bawah 100 °C). Pada sintesis ini digunakan zink nitrat tetrahidrat dan heksamina sebagai prekursor dan tiourea sebagai sumber sulfur dengan variasi konsentrasi 0,025 M; 0,05 M dan 0,1 M dan suhu pemanasan 90-95 °C selama 6 jam. Hasil karakterisasi menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD) menunjukkan senyawa hasil sintesis memiliki struktur kristal yang sama dengan ZnO murni dan memperlihatkan terjadinya peningkatan kristalinitas dengan meningkatnya konsentrasi prekursor. Hasil karakterisasi menggunakan SEM menunjukkan adanya perbedaan morfologi kristal pada konsentrasi prekursor yang berbeda, dimana pada konsentrasi 0,025 M memperlihatkan morfologi kristal berupa bunga (*flowers*) sedangkan pada konsentrasi 0,05 dan 0,1 M berupa batang (*rods*). Hasil pengukuran menggunakan EDX menunjukkan adanya puncak dari unsur S dengan persentase massa sebesar 0,51% atm. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa hasil sintesis mengandung unsur S atau telah terbentuknya nanopartikel ZnO terdoping S (ZnO:S).

Kata Kunci: nanopartikel ZnO, doping, hidrotermal, Sulfur, prekursor

1. Pendahuluan

Nanopartikel ZnO merupakan material semikonduktor tipe-*n* dengan celah pita energi (*bandgap*) 3,3–3,7 eV, mempunyai karakteristik transmitansi yang tinggi, konduktivitas listrik, sifat adhesi dan kekerasan, serta mempunyai kestabilan kimia dan mekanik yang baik [4]. Material ini banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, antara elektronik, energi, katalis, bioteknologi, kesehatan dan sektor lingkungan [1]. Sebagai contoh, nanomaterial ZnO diaplikasikan dalam tabir surya (*sunblock*), pasta gigi, pelapis saniter, pelapis serat tekstil, katalis, aditif bahan bakar dan bahkan produk makanan [7]. Nanopartikel ZnO dapat disintesis dalam skala besar dengan biaya murah melalui metode sintesis berbasis larutan seperti presipitasi secara kimia, sol-gel, reaksi solvothermal atau hidrotermal.

Akhir-akhir ini, modifikasi sifat-sifat struktur nano ZnO dengan melibatkan pengotor menjadi isu penting pada penelitian material nano berbasis ZnO. Mendoping unsur-unsur selektif kedalam struktur ZnO dapat meningkatkan sifat-sifat listrik, optik, dan magnetik yang

sangat penting pada berbagai aplikasi material nano berbasis ZnO [8]. Namun, kurangnya perhatian terjadi pada pendopingan anion-anion khususnya unsur-unsur kalkogen. Doping S pada ZnO difokuskan untuk memodifikasi sifat listrik dan optik karena perbedaan keelektronegatifan dan ukuran antara S dan O. Akibat perbedaan besar antara stabilisasi S dan temperatur pertumbuhan ZnO, S jarang didoping pada ZnO. Namun, beberapa peneliti telah mensintesis nanopartikel ZnO terdoping S [9]. Yoo *et al* melaporkan sintesis film ZnO terdoping S melalui metode deposisi laser [10]. Geng *et al* melaporkan *nanowires* ZnO terdoping S yang terdistribusi secara acak menggunakan metode evaporasi termal [5]. Bae *et al* melaporkan sintesis *nanowires* terdoping S melalui metode CVD [2]. Shen *et al* telah melakukan sintesis *nanowires* ZnO terdoping S melalui metode konversi larutan dan Cho *et al* juga telah berhasil mensintesis *nanostar* ZnO terdoping S melalui metode hidrotermal pada suhu rendah [3, 8].

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis nanopartikel ZnO terdoping S menggunakan metode yang menganut pada metode yang dilakukan oleh Cho *et al*. Namun pada

penelitian ini dilakukan modifikasi dengan tidak menggunakan kristal ZnO sebagai bibit dan waktu pemanasan pada suhu 90-95 °C selama 6 jam. Proses sintesis dilakukan menggunakan prekursor zink nitrat tetrahidrat dan heksamin serta tiourea sebagai sumber unsur S dengan variasi konsentrasi 0,025 M; 0,05 M dan 0,1 M. Senyawa hasil sintesis kemudian dikarakterisasi menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD) dan SEM-EDX.

2 Metode Penelitian

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah zink nitrat tetrahidrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), heksamin (heksamethyl tetramin) / $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$, tiourea ($\text{SC}(\text{NH}_2)_2$), *ultrapure water*. Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah botol tertutup, alat gelas, kertas saring, neraca analitik, termometer, oven, *X-Ray Diffraction* (XRD), *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray* (SEM-EDX).

Nanopartikel ZnO:S disintesis menggunakan metode hidrotermal pada suhu rendah (modifikasi metode Cho *et al*, 2011) dimana 100 mL larutan zink nitrat ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 0,025 M dan 100 mL larutan heksamin / ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$) 0,025M dimasukkan ke dalam botol tertutup lalu ditambahkan dengan 100 mL larutan tiourea ($\text{SC}(\text{NH}_2)_2$) 0,025 M (rasio perbandingan 1:1:1). Kemudian campuran ini dipanaskan dalam oven pada suhu 90-95 °C selama 6 jam. Endapan yang dihasilkan kemudian dicuci beberapa kali dengan *ultrapure water* lalu disaring. Endapan yang telah dicuci dipanaskan kembali di dalam oven pada suhu 98 °C selama 4 jam. Pada sintesis nanopartikel ZnO:S ini dilakukan variasi konsentrasi tiourea (0,025 M; 0,05 M dan 0,1 M) untuk mempelajari sifat dan morfologi kristal dari nanopartikel ZnO:S yang dihasilkan.

3. Hasil dan Pembahasan

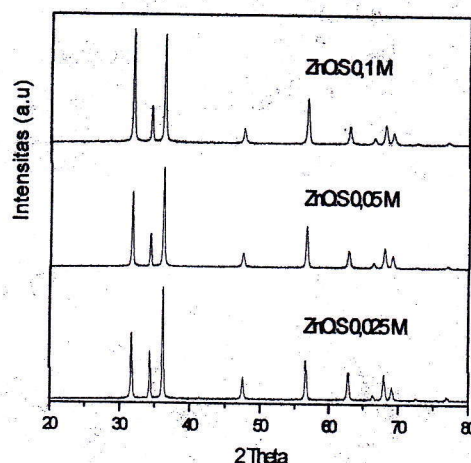
3.1. Sintesis Nanopartikel ZnO terdoping S (ZnO:S)

Pada sintesis ini zink nitrat dan heksamin berfungsi sebagai prekursor sedangkan tiourea berfungsi sebagai sumber sulfur yang akan didoping untuk menghasilkan nanopartikel ZnO:S. $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sebagai sumber ion Zn^{2+} dan heksamin sebagai buffer pH dengan melepaskan ion-ion OH^- secara lambat melalui dekomposisi termal. Ketika heksamin ditambahkan ke

larutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, tidak ada endapan yang terjadi, namun ketika suhu meningkat endapan $\text{Zn}(\text{OH})_2$ terbentuk. Inti ZnO terbentuk dari endapan yang terdeposisi dan kemudian tumbuh menjadi kristal. Senyawa yang dihasilkan pada sintesis ini berupa serbuk berwarna kuning muda dengan berat rendemen pada konsentrasi 0,025 M sebesar 12,65%, konsentrasi 0,05 M sebesar 10,5% dan pada konsentrasi 0,1 M didapatkan rendemen sebesar 8,35%..

3.2 Karakterisasi nanopartikel ZnO:S

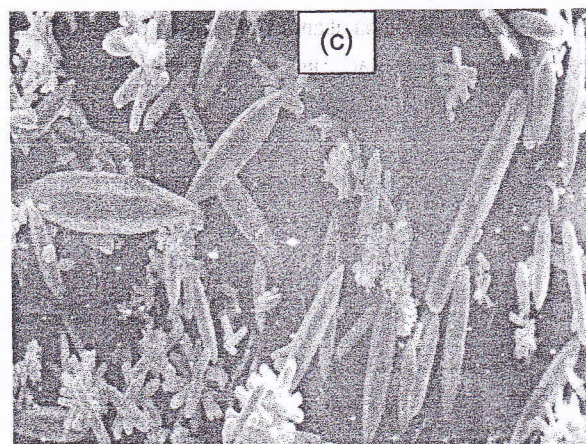
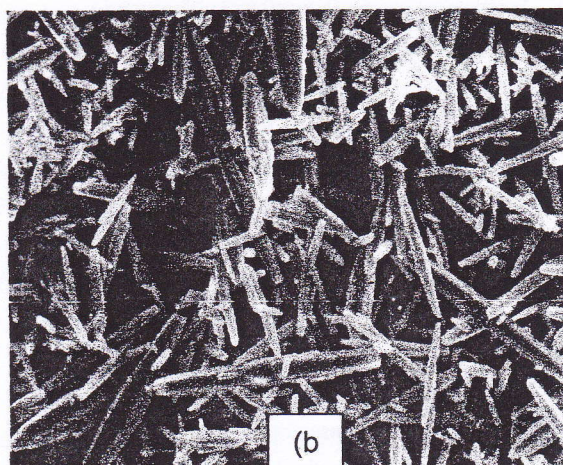
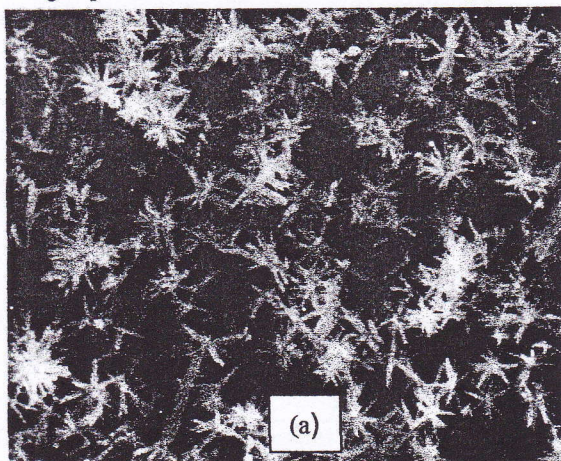
Senyawa hasil sintesis dikarakterisasi dengan menggunakan difraksi sinar-X (*X-Rays Diffraction*, XRD) untuk mengetahui struktur kristal dengan melihat indeks dari puncak-puncak yang muncul, kemudian dibandingkan dengan pola difraksi standar dari ZnO yang terdapat pada data *Powder Diffraction File* (PDF) yaitu JCPDS No. 36-1451. Dari hasil karakterisasi menggunakan XRD, didapatkan puncak-puncak yang merupakan puncak karakteristik dari senyawa ZnO murni serta tidak terlihatnya puncak-puncak lain sebagai pengotor seperti serbuk Zn, sulfur dan ZnS (Gambar 1). Hal ini menunjukkan bahwa senyawa yang disintesis merupakan produk ZnO dengan tingkat kemurnian tinggi.



Gambar 1. Pola difraksi nanopartikel ZnO:S pada konsentrasi prekursor 0,025 M; 0,05 M dan 0,1 M

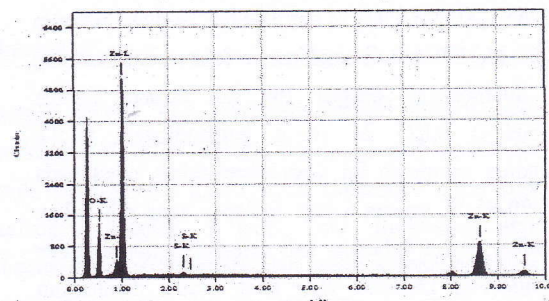
Berdasarkan difraktogram yang terdapat pada Gambar 1 ditemukan adanya peningkatan intensitas puncak refleksi dengan meningkatnya konsentrasi prekursor. Hal ini menunjukkan terjadinya peningkatan kristalinitas dari nanopartikel ZnO:S yang dihasilkan dengan adanya peningkatan konsentrasi prekursor.

Adanya peningkatan kristalinitas nanopartikel yang disintesis dengan meningkatnya konsentrasi prekursor juga didukung oleh hasil karakterisasi morfologi kristal menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) seperti yang terdapat pada Gambar 2. Berdasarkan Gambar 2 dapat dilihat adanya perbedaan morfologi kristal baik ukuran maupun bentuk dengan meningkatnya konsentrasi prekursor dan tiourea yang digunakan. Nanopartikel ZnO:S yang disintesis pada konsentrasi 0,025 M (rasio zink nitrat, heksamin dan tiourea 1:1:1) menunjukkan morfologi kristal yang berbentuk bunga (*flowers*) sedangkan pada konsentrasi yang lebih tinggi yaitu 0,05 M dan 0,1 M menunjukkan ukuran kristal dengan diameter yang lebih besar dan berbentuk batang (*rods*). Hal ini disebabkan karena ketika konsentrasi prekursor ditingkatkan, maka proses nukleasi nanopartikel menjadi lebih cepat dari pada pembentukan inti pada tahap awal, kemudian inti-inti ini akan mengumpul bersama-sama membentuk kristalit [6].



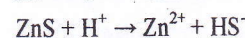
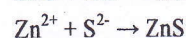
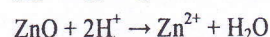
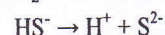
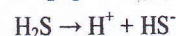
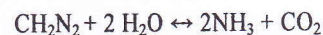
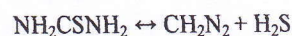
Gambar 2. Foto SEM nanopartikel ZnO:S pada berbagai konsentrasi (a) 0,025 M (b) 0,05 M (c) 0,1 M

Pengukuran menggunakan *Energi Dispersive X-ray Fluoresens* (EDX) dilakukan untuk memperoleh komposisi dari senyawa yang disintesis (produk ZnO). Gambar 3 menunjukkan adanya puncak-puncak dari Zn, O dan S dengan jumlah persentase massa unsur S sebesar 0,51 % atm. Adanya puncak dari S menunjukkan bahwa nanopartikel ZnO yang disintesis terdoping unsur Sulfur (terbentuknya nanopartikel ZnO:S).



Gambar 3. Spektrum EDX ZnO:S pada konsentrasi prekursor 0,1 M dan suhu 98 °C

Pada sintesis nanopartikel ZnO:S ini, tiourea pada larutan mengalami reaksi dekomposisi balik untuk menghasilkan CH_2N_2 dan H_2S . CH_2N_2 yang terbentuk bereaksi langsung dengan H_2O pada suhu tertentu menghasilkan NH_3 dan CO_2 . Sehingga proses pembentukan nanopartikel ZnO terdoping S (ZnO:S) dapat dinyatakan melalui reaksi berikut ini:



Larutan tiourea bersifat asam disebabkan oleh lepasnya H^+ dari tiourea dan ZnO secara perlahan terlarut dalam larutan dan melepaskan ion-ion Zn^{2+} . Kemudian ion-ion Zn^{2+} bereaksi dengan ion-ion S^{2-} membentuk ZnS pada permukaan ZnO. Dengan bertambahnya waktu reaksi, ZnO secara lambat melarut dan unsur-unsur S secara bertahap dimasukkan ke dalam struktur ZnO dan akhirnya terbentuk nanopartikel ZnO terdoping S (ZnO:S) [8].

4. Kesimpulan

4.1. Simpulan.

Nanopartikel ZnO terdoping S (ZnO:S) telah berhasil disintesis melalui metode sederhana yaitu hidrotrotermal pada suhu rendah dengan variasi konsentrasi precursor dan tiourea. Karakterisasi menggunakan difraksi sinar-X dan SEM menunjukkan terjadinya peningkatan kristalinitas dengan meningkatnya konsentrasi prekursor dan adanya perbedaan morfologi kristal pada konsentrasi yang berbeda-beda. Perbedaan morfologi Kristal memungkinkan terjadinya perbedaan sifat dan aplikasi dari nanopartikel ZnO:S yang dihasilkan sehingga perlu dikaji lebih lanjut. Metode sintesis ini dapat dikembangkan sebagai metode untuk menghasilkan nanopartikel berbasis ZnO dengan unsur-unsur doping yang lain.

Daftar Pustaka

- [1] Aslan, M.H., A.Y. Oral., E. Menşur., A. Gül; E. Başaran. 2004. *Preparation of C-Axis-Oriented Zinc Oxide Thin Films and The Study of Their Microstructure and Optical Properties*. Solar Energi Materials & Solar Cells, 82, 543-552.
- [2] Bae, S.Y., Seo, H.W. and Park, J. 2004. *Vertically aligned sulfur-doped ZnO nanowires synthesized via chemical vapor deposition*. J. Phys. Chem. B 108 (17). 5206-5210.
- [3] Cho, J., Lin, Q., Yang, S., Simmons J, G., Cheng, Y., Lin, E., Yang, J., John, V, F., Henry, O., Everitt., Weitao Y., Jungsang, K., Jie L. 2011. *Sulfur-Doped Zinc Oxide (ZnO) Nanostars: Synthesis and Simulation of Growth Mechanism*. Nano Res DOI 10.1007/s12274-011-0180-3.
- [4] Eya, D, O., A .J. Ekpunobi, C.E. Okeke. 2005. *Structural and Optical Properties and Applications of Zinc Oxide Thin Films Prepared by Chemical Bath Deposition Technique*. Pacific Journal of Science and Technology. 6 (1). 16 – 22
- [5] Geng, B.Y., Wang, G.Z., Jiang, Z., Xie, T., Sun, S.H., Meng, G.W. and Zhang L.D.2003. *Synthesis and optical properties of S-doped ZnO nanowires*. Appl. Phys. Lett, 82. 4791-93.
- [6] Ho, G.W., and Wong, A.S.W. 2007. *One step solution synthesis toward ultra-thin and uniform single-crystalline ZnO nanowires*. Appl. Phys. A, 86, 457-462.
- [7] Lingling, Zhang., Nikolaos, D., Jeuken., David, W. 2009. *Mechanistic investigation Into antibacterial behavior of suspensions of ZnO nanoparticles against E. coli*. J Nanopart Res (2010) 12:1625–1636 DOI 10.1007/s11051-009-9711-1
- [8] Shen, G., Cho, J.H., Jung, S.I., Lee, C.J. 2005. *Synthesis and characterization of S-doped ZnO nanowires produced by a simple solution-conversion process*. Chemical Physics Letters 401, 529–533
- [9] Shen, G., Cho, J.H., Yoo, J.K., Yi, G.C., Lee, C.J. 2005. *Synthesis and Optical Properties of S-Doped ZnO Nanostructures: Nanonails and Nanowires*. J. Phys. Chem. B, 109, 5491-5496
- [10] Yoo, Y. Z.; Jin, Z. W.; Chikyow, T.; Fukumura, T.; Kawasaki, M.; Koinuma, H. 2002. *S doping in ZnO film by supplying ZnS species with pulsed-laser-deposition method* . Appl. Phys. Lett., 81, 3798.